

M/39/68-US

=EP-A-0 257 444

(2)

<p>88-057083/09 A14 D21 (A96) BADI 18.08.86 BASF AG *DE 3627-970-A 18.08.86-DE-627970 (25.02.88) A61k-07/06 C08f-220/18 C08f-226/10 Hair-treatment compsn. contg. film-forming terpolymer - prepd. by radical polymerisation of vinyl pyrrolidone, tert. butyl (meth)acrylate and (meth)acrylic acid and partly neutralised with amine C88-025436</p>	<p>A(4-D5, 4-F4, 4-F4A, 4-F6A, 4-F6E5, 10-E21B, 12-V4A) D(8-B3)</p>
<p>New terpolymer, (I), is prepd. by the radical polymn. of, by wt. : 30-50% vinyl pyrrolidone, 40-70% tert. Bu acrylate or -methacrylate and 5-15% acrylic- or methacrylic acid and its -COOH gps. are neutralised, opt. partly or completely, e.g. to 5-100%, by an organic amine and has K-value 10-60.</p>	<p>HAIR-SPRAY COMPOSITION Hair-spray compsn. contains, by wt. : (a) 0.5-15% (I), (b) 10-95% solvent, e.g. acetone, EtOH, propanol, isopropanol, butanol and/or 1-methoxy-propanol and (c) 5-90% propellant, e.g. propane, n-butane, isobutane, 2,2-dimethyl-propane, isopentane and/or dimethyl ether. The compsn. opt. contains also 0.1-10% water or 1% CH₂Cl₂ or C₂H₂Cl₂.</p>
<p>CLAIMED USE/ADVANTAGE (I) is used as film-former in hair-treatment compsns., partic. hair-sprays, but may be used also in hair-strengtheners, -foams or -gels. (I) are soluble in alcohol-hydrocarbon-propellant mixts., have improved curl retention and form non-tacky films on hair.</p>	<p>EXAMPLE 55 pts. N-vinyl pyrrolidone, 55 pts. tert. Bu acrylate, 11 pts. acrylic acid, 1 pt. tert. Bu perpivalate and 120 pts. isopropanol were heated to 75°C. After the start of polymerisation, 385 pts. N-vinyl pyrrolidone, 495 pts. tert. Bu acrylate, 99 pts. acrylic acid and 850 pts. isopropanol were added in 5 hrs. and, at the same time, a soln. of 9 pts. tert. Bu perpivalate and 135 pts. isopropanol in 7 hrs. The internal temp. was kept at 80-82°C. Post-polymn. followed for 1 hr. The terpolymer had K-value 19.8 and contained 40% vinyl pyrrolidone, 50% tert. Bu acrylate and 10% acrylic acid.</p>

DE3627970-A

DERWENT PUBLICATIONS LTD.

75% COOH gps. were neutralised with 2-amino-2-methyl-propanol.
 The propellant gas miscibility of a 3% soln. of the prod. in 40:60 propane/butane in EtOH at 0°C, was 71% and curl-retention was 56% at 25°C, 30% RH, for 5 hrs. (4pp200PA DwgNo0/0).

DE3627970-A

DERWENT PUBLICATIONS LTD.

DW08800057083

M/39168-US

(19)



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer:

0 257 444
A2

(2)

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 87111649.7

(51) Int. Cl. 4: C08F 226/10, C08F 220/12,
A61K 7/11

(22) Anmeldetag: 12.08.87

(30) Priorität: 18.08.86 DE 3627970

(31) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
02.03.88 Patentblatt 88/09

(84) Benannte Vertragsstaaten:
DE ES FR GB IT NL

(71) Anmelder: BASF Aktiengesellschaft
Carl-Bosch-Strasse 38
D-6700 Ludwigshafen(DE)

(72) Erfinder: Nuber, Adolf, Dr.
Kurt-Schumacher-Strasse 11
D-6737 Boehl-Iggelheim(DE)
Erfinder: Sanner, Axel, Dr.
Lorscher Ring 2 c
D-6710 Frankenthal(DE)
Erfinder: Straub, Ferdinand, Dr.
Ziegelstrasse 20
D-6832 Hockenheim(DE)
Erfinder: Vogel, Friedrich, Dr.
Im kleinen Letten 3
D-6706 Wachenheim(DE)

(54) Terpolymerisate, ihre Verwendung in Haarbehandlungsmitteln und diese enthaltende Haarbehandlungsmittel.

(57) Die Erfindung betrifft ein Terpolymere aus Vinylpyrrolidon, tert.-Butyl-(meth)acrylat und Acryl- oder Methacrylsäure, dessen Verwendung in Haarbehandlungsmitteln und diese enthaltende Zusammensetzungen für die Haarkosmetik.

EP 0 257 444 A2

Terpolymerisate, ihre Verwendung in Haarbehandlungsmitteln und diese enthaltende Haarbehandlungsmittel

Die Erfindung betrifft ein Terpolymeres aus Vinylpyrrolidon, tert.-Butyl(meth)acrylat und Acryl- oder Methacrylsäure, dessen Verwendung in Haarbehandlungsmitteln und diese enthaltende Zusammensetzungen für die Haarkosmetik.

Filmbildende Harze auf der Basis von carboxylgruppenhaltigen Vinylmonomeren und (Meth)-Acrylester und/oder Vinylacetat werden seit langem insbesondere für Haarsprays, bei denen Halogenkohlenwasserstoffe, wie Fluorkohlenwasserstoffe, als Treibmittel verwendet werden, eingesetzt. Für die praktische Anwendung ist dabei zweckmäßig, mindestens einen Teil der Carboxylgruppen zu neutralisieren, beispielsweise mit einem Amin oder einer Aminohydroxyverbindung, wie in den US-PS 2 996 471, 3 405 084 oder 3 577 517 beschrieben wird. Mit der wenigstens teilweisen Neutralisation werden die Wasserlöslichkeit oder Dispergierbarkeit des verwendeten Harzes verbessert und eine leichtere Entfernbarkeit aus dem Haar beim Waschen wird ermöglicht. Die Neutralisation gestattet es, die Flexibilität der aufgespritzten Filme günstig zu beeinflussen.

Ökologische Gründe führen in zunehmendem Maße zu einem Austausch der Halogenkohlenwasserstoffe in Aerosol-Haarsprayzubereitungen durch reine Kohlenwasserstoffe, wie Propan oder Butan. Die Verwendung dieser Kohlenwasserstoffe als Treibmittel bringt eine Reihe von Problemen mit sich, wobei die herabgesetzte Löslichkeit der Haarsprayharze, beispielsweise in alkoholischer Lösung in Gegenwart von diesen Kohlenwasserstoffen als Treibmittel eine besondere Rolle spielt. Obwohl die carboxylierten Harze in wasserfreien Alkohol/Halogenkohlenwasserstoff-Sprayformulierungen in der Regel gut löslich sind, kann ihre verminderte Löslichkeit in den neuerdings verwendeten Alkohol/Kohlenwasserstoff-Formulierungen dazu führen, daß sie für moderne Haarsprayformulierungen nicht mehr akzeptabel sind.

In der US-PS 3 405 084 werden neutralisierte Terpolymerisate für Haarsprayformulierungen beschrieben, die aus 20 bis 75 Gew.-% Vinylpyrrolidon, 20 bis 70 Gew.-% eines Alkylesters der Acryl- oder Methacrylsäure mit einem gesättigten geradkettigen oder verzweigten Rest von 1 bis 10 C-Atomen im Esteralkohol und 3 bis 25 Gew.-% Acrylsäure oder Methacrylsäure bestehen.

Als einpolymerisierte Acrylate werden beispielsweise Propyl-, Isopropyl-, Butyl-, Isobutyl-acrylate und -methacrylate in der Beschreibung genannt und in den Ausführungsbeispielen Terpolymere mit Ethylmethacrylat, Ethylacrylat, Butylmethacrylat, Hexylmethacrylat und Butylacrylat beschrieben.

Nachteilig bei der praktischen Anwendung, vor allem in Haarsprays an diesen in der US-PS 3 405 084 tatsächlich beschriebenen Terpolymeren ist, daß sie teilweise eine unbefriedigende, nicht ausreichende Löslichkeit in den heute aus ökologischen Gründen bevorzugten Treibgasen, wie Propan, Butan, Isopentan oder ihren Mischungen davon, aufweisen, obwohl auch aus diesem Stand der Technik in allgemeiner Form, Spalte 7, Zeile 49, Kohlenwasserstoffe als Treibmittel hervorgehen. Andere dieser beschriebenen Terpolymeren, die eine genügende hohe Löslichkeit aufweisen, haben den Nachteil, daß sie zur Klebrigkeit, die einer Anwendung in der Kosmetik entgegensteht, neigen und eine nicht ausreichende Curl Retention zeigen.

Es bestand daher Aufgabe, Terpolymere aufzuzeigen, bei denen die obengenannten Schwierigkeiten, betreffend die Löslichkeit in Kohlenwasserstoff-Treibmitteln bzw. in Aerosol-Formulierungen, eine bessere Curl Retention und die Bildung klebefreier Filme auf dem Haar, überwunden werden können.

Die Lösung der Aufgabe besteht in einem Terpolymer, erhalten durch radikalische Polymerisation von

20 bis 50 Gew.-% Vinylpyrrolidon,

40 bis 70 Gew.-% tert.-Butylacrylat oder tert.-Butylmethacrylat und 2 bis 15 Gew.-% Acrylsäure oder Methacrylsäure

und dessen Carboxylgruppen gegebenenfalls zu 5 bis 100 %, bevorzugt 50 bis 90 %, durch ein organisches Amin neutralisiert sind und das einen K-Wert von 10 bis 60 aufweist.

Als bevorzugte Bereiche für das erfindungsgemäße Terpolymer sind zu nennen

25 bis 40 Gew.-% Vinylpyrrolidon,

40 bis 70 Gew.-% tert.-Butylacrylat oder tert.-Butylmethacrylat

und

5 bis 10 Gew.-% Acrylsäure oder Methacrylsäure.

Bei Verwendung der Comonomeren tert.-Butylacrylat oder -methacrylat wird ein Terpolymerisat erhalten, das sowohl im Hinblick auf die Löslichkeit, insbesondere in den in Haarsprays verwendeten

Alkohol-Kohlenwasserstoff-Treibmittelgemischen, als auch im Hinblick auf die filmbildenden Eigenschaften in nicht vorhersehbarer Weise ein Optimum darstellt und die gestell-

ten Anforderungen erfüllt. Das gilt vor allem, nachdem sich die Copolymeren mit n-Butyl- und Isobutyl-Acrylat und -methacrylat im praktischen Versuch auf Treibgasverträglichkeit und Curl Retention als teilweise unbefriedigend erwiesen haben.

Die erfindungsgemäßen Terpolymerisate eignen sich als Filmbildner insbesondere für Haarsprays, aber auch in Haarfestigern, -schäumen oder -gelen können sie verwendet werden.

Die erfindungsgemäßen Terpolymere liegen zweckmäßigerweise in durch ein organisches Amin teilweise oder vollständig neutralisierten Form vor, wobei die Carboxylgruppen zu 5 bis 100 % neutralisiert sind. Bevorzugt ist eine Teilneutralisation der Carboxylgruppen von 50 bis 90 %. Die Neutralisation der Carboxylgruppen erfolgt bevorzugt mit einem Alkanolamin aus der Reihe der Mono-, Di oder Trialkanolamine mit 2 bis 5 C-Atomen im Alkanolrest, wie Mono-, Di- oder Triethanolamin, Mono-, Di- oder Tripropanolamin oder 2-Amino-2-methylpropanol, oder Alkandiolaminen mit 2 bis 4 C-Atomen im Alkandiolrest, wie 2-Amino-2-methyl-1,3-propandiol oder 2-Amino-2-ethyl-1,3-propandiol, oder durch Di(methoxyethyl)amin oder durch primäre, sekundäre und tertiäre Alkylamine mit insgesamt 5 bis 10 C-Atomen, wie N,N-Diethylpropylamin.

Davon sind 2-Amino-2-methylpropanol, Triisopropanolamin und 2-Amino-2-ethyl-1,3-propandiol bevorzugt.

Gegenstand der Erfindung ist auch ein Haarbehandlungsmittel, das als Filmbildner ein erfindungsgemäßes Terpolymer in der teil- oder vollständig neutralisierten Form in einer Menge von 0,5 bis 15, bevorzugt 1 bis 10 %, bezogen auf das Gesamtgewicht, enthält, und die Verwendung der erfindungsgemäßen Terpolymeren in Haarbehandlungsmitteln.

Die besonders bevorzugte Zubereitung stellt eine Haarsprayzusammensetzung dar, dadurch gekennzeichnet, daß sie 0,5 bis 15 Gew.-% erfindungsgemäßes Terpolymer, dessen Carboxylgruppen zu 5 bis 100 %, bevorzugt 50 bis 90 %, durch ein obengenanntes organisches Amin neutralisiert sind, 10 bis 95 Gew.-% eines Lösungsmittels, ausgewählt aus der Gruppe Aceton, Ethanol, Propanol, Isopropanol und 1-Methoxypropanol-2 oder deren Gemische und 5 bis 90 Gew.-% eines Treibmittels, ausgewählt aus der Gruppe Propan, n-Butan, iso-Butan, 2,2-Dimethylpropan, iso-Pentan und Dimethylether und deren Gemische enthält.

Gegebenenfalls enthält diese Haarsprayzusammensetzung, bezogen auf das Gesamtgewicht, zusätzlich 0,1 bis 5 Gew.-% Wasser oder 1 bis 35 Gew.-% Methylenchlorid oder Trichlorethan.

Die bevorzugten Zusammensetzungen weisen 1 bis 10 Gew.-% erfindungsgemäßes Harz, 15 bis 60 Gew.-% Lösungsmittel und 40 bis 85 Gew.-% Treibgas auf.

Die erfindungsgemäßen Terpolymere der oben angegebenen und in den Beispielen hervorgehobenen Zusammensetzungen können vorteilhaft und bevorzugt in Haarsprays der obigen Rahmenvorschrift verwendet werden.

Wenn auf eine besonders gute Haarfestigermischung Wert gelegt wird, empfehlen sich solche Terpolymere, die Methacrylsäure enthalten und die gleichzeitig die höchsten Werte an Treibgasverträglichkeit aufweisen.

Daneben kann die Wasserlöslichkeit der verwendeten Terpolymere im Hinblick auf Zubereitungen, die Wasser als Lösungsmittel enthalten, eine wichtige Rolle spielen. Solche Zubereitungen sind insbesondere Haarfestiger, Haarschäume und Haargele. Für derartige Zwecke empfehlen sich innerhalb der angegebenen Bereiche höhere Vinylpyrrolidon- und Acrylsäure- oder Methacrylsäuregehalte, wie etwa den Beispielen 1 bis 9 entsprechend.

Eine zweckmäßige Zubereitung für Haarfestiger enthält

1 bis 15 Gew.-% erfindungsgemäßes Terpolymer, dessen Carboxylgruppen zu 5 bis 100 %, bevorzugt 50 bis 90 %, durch ein obengenanntes organisches Amin neutralisiert sind, 0 bis 99 Gew.-% eines Lösungsmittels, ausgewählt aus der Gruppe Aceton, Ethanol (96 %ig), Propanol, Isopropanol und 1-Methoxypropanol-2 oder deren Gemische und

0 bis 99 Gew.-% Wasser.

Eine bevorzugte Haarfestiger-Zusammensetzung ist überwiegend wäßrig und enthält 2 bis 10 Gew.-% oben definiertes Terpolymer und 60 bis 98 Gew.-% Wasser und gegebenenfalls als Rest zu 100 Gew.-% eines der obengenannten Lösungsmittel oder deren Gemisch. Die Herstellung von wäßrigen Zubereitungen stellen einen besonderen Vorteil der vorliegenden Erfindung dar.

Eine zweckmäßige und vorteilhafte Zusammensetzung für Haarschäume ergibt sich nach folgender Vorschrift:

1 bis 15 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 10 Gew.-%, erfindungsgemäßes Terpolymer, dessen Carboxylgruppen zu 5 bis 100 %, bevorzugt 50 bis 90 Gew.-%, durch ein obengenanntes Amin neutralisiert sind, 5 bis 90 Gew.-%, bevorzugt 60 bis 80 Gew.-% Wasser

0 bis 15 Gew.-%, bevorzugt 5 bis 10 Gew.-% eines Lösungsmittels aus der Gruppe Aceton, Ethanol, Propanol, Isopropanol und 1-Methoxypropanol-2 oder deren Gemische, und 50 bis 20 Gew.-% eines Treibmittels, ausgewählt

aus der Gruppe bestehend aus Propan, n-Butan, iso-Butan, 2,2-Dimethylpropan, iso-Pentan und Dimethylether und deren Gemische, wovon Mischungen aus Propan/Butan (25:75) bevorzugt sind.

Diesen Zusammensetzungen werden, bezogen auf das Gesamtgewicht, 0,5 bis 1 Gew.-% dem Fachmann an sich bekannte Hilfsmittel zur Schaumbildung und Schaumstabilisierung zugesetzt. Beispielsweise seien genannt Ceteareth 25 oder 11, Nonoxynol 14 oder 10 oder Cocamide DEA (vgl. CTFA, Cosmetics Ingredient Dictionary, 3. Ausgabe 1982).

Selbstverständlich kommen für die obengenannten verschiedenen Zubereitungsformen auch übliche Zusätze, wie Parfüm, Konservierungsstoffe u.a., in Betracht.

Daraus ergibt sich, daß Haarbehandlungsmittel auf wäßriger Basis ein bevorzugter Gegenstand der vorliegenden Erfindung sind. Für Haar-Zubereitungen auf wäßriger Basis eignen sich insbesondere die Terpolymeren, die aus Vinylpyrrolidon, tert.-Butylacrylat und Methacrylsäure zusammengesetzt sind, in einer Menge von 2 bis 10 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht.

Die erfindungsgemäßen Copolymeren werden durch übliche radikalische Copolymerisation bevorzugt in Form einer Lösungspolymerisation in einem einwertigen niederen Alkohol mit 1 bis 4 Kohlenstoffatomen, insbesondere Ethanol oder Isopropanol, hergestellt. Als Initiatoren werden die üblichen Peroxide, wie Benzoylperoxid, tert.-Butylperpivalat, tert.-Butylper-2-ethylhexanoat, Di-tert.-Butylperoxid, tert.-Butylhydroperoxid, sowie Azostarter, wie Azobis-Isobutyronitril, zweckmäßig in Mengen 0,3 bis 2,0 Gew.-%, bezogen auf das Gewicht der Monomeren, verwendet.

Nach der Polymerisation liegen in der Regel 30 bis 80 gew.-%ige Lösungen vor. Falls erforderlich, kann das Lösungsmittel auf übliche Weise, z.B. durch Sprühtrocknung, entfernt werden.

Die erfindungsgemäßen Terpolymeren weisen K-Werte von 10 bis 60, bevorzugt 15 bis 50, gemessen in 2 gew.-%iger Lösung in Ethanol bei 25°C in der Säureform, auf. Der K-Wert ist ein Maß für das Molgewicht (Fikentscher, Cellulosechemie 13, (1932) Seite 58 bis 64 und 71 bis 74).

Die nun folgenden Beispiele erläutern die Erfindung. Die in den Beispielen genannten Teile und Prozente beziehen sich auf das Gewicht.

Herstellvorschrift für Beispiele 1 und 2 und Vergleichsbeispiele 3 bis 8:

100 Teile Monomerengemisch der Zusammensetzung gemäß den Beispielen der Tabelle 1 werden in 77 Teilen Isopropanol gelöst. In einem Rührkolben mit Rückflußkühler und 2 Tropftrichtern

werden 10 Gew.-% dieser Monomerenlösung, 10 Gew.-% der vorbereiteten Starterlösung aus 0,8 Teilen tert.-Butylperpivalat und 12 Teilen Isopropanol vorgelegt und auf ca. 75°C aufgeheizt.

Nach dem Anpolymerisieren, erkennbar an einer Viskositätssteigerung, wird die restliche Monomerenlösung innerhalb von ca. 5 h und gleichzeitig die restliche Starterlösung innerhalb von etwa 7 Stunden zugegeben, wobei die Innentemperatur bei schwachem Sieden auf ca. 80 bis 82°C gehalten wird. Nach dem Ende der Zugabe wird noch ca. 1 Stunde bei diesen Temperaturen nachpolymerisiert.

Beispiele 9 bis 12

100 Teile Monomerengemisch gemäß der Zusammensetzung nach den Beispielen 9 bis 12 in Tabelle 2 werden in 24 Teilen Ethanol gelöst. In einem Rührkolben mit Rückflußkühler und 2 Tropftrichtern werden 10 Gew.-% dieser Monomerenlösung, 10 Gew.-% der vorbereiteten Starterlösung aus 0,8 Teilen tert.-Butylperpivalat und 27 Teilen Ethanol und 50 Teile Ethanol vorgelegt und auf ca. 75°C aufgeheizt.

Nach dem Anpolymerisieren, erkennbar an einer Viskositätssteigerung, wird die restliche Monomerenlösung innerhalb von 3 Stunden und gleichzeitig die restliche Starterlösung innerhalb von etwa 6 Stunden zugegeben, wobei die Innentemperatur auf ca. 78 bis 80°C gehalten wird.

Nach dem Ende der Zugabe wird noch ca. 1 Stunde bei diesen Temperaturen nachpolymerisiert.

Vergleichsbeispiele 3 bis 8:

Zum Vergleich wurden unter den Bedingungen des Beispiels 1 Terpolymere mit n-, sec.-und iso-Butylacrylat sowie n-, sec.-und iso-Butylmethacrylat hergestellt, wie aus der Tabelle ersichtlich und sie sich aus der US-PS 3 405 084 ergeben.

An den verschiedenen Terpolymerisaten, deren Carboxylgruppen zu 75 % mit 2-Amino-2-methylpropanol neutralisiert wurden, wurden die Treibgasverträglichkeit und die Curl Retention bestimmt. Die Ergebnisse sind in den Tabellen 1 und 2 zusammengefaßt.

Die Treibgasverträglichkeit mit Propan/Butan im Gewichtsverhältnis 40:60 gibt an, wieviel Gew.-% dieses Treibgasgemisches in einer ethanolischen Haarspray-Lösung mit 2 Gew.-% Terpolymerisat, neutralisiert zu 75 %, verwendet werden kann, um bei 0°C noch eine klare Lösung zu

erhalten. Eine Treibgasverträglichkeit von z.B. 71 % bedeutet, daß eine 3 gew.-%ige Lösung mit 71 Gew.-% Treibgas und Rest zu 100 Gew.-% Ethanol bei 0°C eine klare Lösung ergibt.

Die Curl Retention ist ein Maß für die Haarfestigungswirkung. Sie wird im Modellversuch gemessen an Haarlocken, erzeugt durch eine übliche Wasserwelle an ca. 15 cm langen Haaren, die mit 2 gew.-%iger Spraylösung eines Harzes gemäß Tabelle 1 oder 2 und zu 75 % teilneutralisiert aus 10 cm Entfernung 4 sec. lang besprüht werden. Nach 5-stündiger Behandlung der aufgehängten Locken in einer Klimakammer (25°C, 90 % relative Luftfeuchte) wird die relative Verformung (Aufweitung) der Locken, bezogen auf die ursprüngliche Form, festgestellt. Ein hoher Wert bedeutet hohe Festigungswirkung, d.h. 100 % wäre Erhalt der ursprünglichen Form der aufgehängten Lock, 0 % wäre ein völlig gestrecktes Haar.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

5

Tabelle 1

Bsp. Nr.	Zusammensetzung (Gew.-%)	Treibgasverträglichkeit (Propan/Butan 40:60, in Ethanol abs, 0°C)	Curl Retention (25°C, 90 % rel. Feuchte, 5 h)	K-Wert (2 gew.-%ig in Ethanol, 25°C)
1.	40 VP/50 tert.-BA/10 AS	71 %	56 %	20
2.	40 VP/50 tert.-BMA/10 AS	64 %	75 %	22
Vergleichsbeispiel-Nr.				
3.	40 VP/50 n-BA/10 AS	65 %	29 %	20
4.	40 VP/50 sec.-BA/10 AS	68 %	24 %	19
5.	40 VP/50 Iso-BA/10 AS	68 %	27 %	19
6.	40 VP/50 n-BMA/10 AS	58 %	57 %	22
7.	40 VP/50 sec.-BMA/10 AS	61 %	54 %	22
8.	40 VP/50 Iso-BMA/10 AS	59 %	67 %	22

VP N-Vinylpyrrolidon, BA Butylacrylat, BMA Butylmethacrylat, AS Acrylsäure

Bsp. Nr.	Zusammensetzung (Gew.-%)	Treibgasverträglichkeit (Propan/Butan 40:60, in Ethanol abs, 0°C)	Curl Retention (25°C, 90 % rel. Feuchte, 5 h)	K-Wert (2 gew.-%ig in Ethanol, 25°C)
9.	40 VP/50 tert.-BA/10 MAS	68 %	83 %	30
10.	38 VP/60 tert.-BA/2 MAS	79 %	83 %	25
11.	25 VP/70 tert.-BA/5 MAS	77 %	86 %	24
12.	20 VP/70 tert.-BA/10 MAS	70 %	88 %	27

VP N-Vinylpyrrolidon, BA Butylacrylat, BMA Butylmethacrylat, MAS Methacrylsäure

Die Ergebnisse zeigen für die erfindungsgemäßen Terpolymeren in der Kombination Treibgasverträglichkeit und Haarfestigerwirkung überlegene Eigenschaften.

Treibgasverträglichkeiten unter 60 % und Curl Retention unter 50 % sind für die Praxis in der Regel nicht ausreichend. Das Vergleichsbeispiel 8 empfiehlt sich daher trotz einer guten Curl Retention nicht. Das Vergleichsbeispiel 7 bewegt sich an der unteren Grenze der Verwertbarkeit. Daß die erfindungsgemäßen Terpolymere mit tert.-Butylacrylat und tert.-Butyl-methacrylat in der Kombination der untersuchten Eigenschaften die besten Werte ergeben, war nicht zu erwarten. Noch bessere Ergebnisse bringen die Zusammensetzungen mit Methacrylsäure für Acrylsäure.

Beispiele für Zubereitungen:

Beispiel 13

Aerosol-Haarspray

Polymeres gemäß Beispiel 11	2,0 %
2-Amino-2-methyl-propanol	0,04 %
Propan/Butan (15:85)	65,0 %
Ethanol, wasserfrei	32,96 %
Parfümöl	q.s.

Beispiel 14

Haarfestiger, rein wäßrig

Polymeres gemäß Beispiel 9	4,0 %
2-Amino-2-methyl-propanol	0,18 %
Wasser dest.	95,82 %
Parfümöl	q.s.

Beispiel 15

Haarfestiger, wäßrig-alkoholisch

Polymeres gemäß Beispiel 9	4,0 %
2-Amino-2-methyl-propanol	0,18 %
Ethanol	33,82 %
Wasser	62,0 %

Ansprüche

1. Terpolymerisat, erhalten durch radikalische Polymerisation von 20 bis 50 Gew.-% Vinylpyrrolidon, 40 bis 70 Gew.-% tert.-Butylacrylat oder tert.-Butyl-

methacrylat und

2 bis 15 Gew.-% Acrylsäure oder Methacrylsäure und dessen Carboxylgruppen gegebenenfalls zu 5 bis 100 % durch ein organisches Amin neutralisiert sind und das einen K-Wert von 10 bis 60 aufweist.

2. Terpolymerisat nach Anspruch 1, erhalten durch radikalische Polymerisation von 20 bis 40 Gew.-% Vinylpyrrolidon, 40 bis 70 Gew.-% tert.-Butylacrylat oder tert.-Butyl-methacrylat und

5 bis 10 Gew.-%, Acrylsäure oder Methacrylsäure, dessen Carboxylgruppen zu 50 bis 90 % durch ein organisches Amin neutralisiert sind.

3. Haarbehandlungsmittel, enthaltend als Filmbildner ein Terpolymerisat gemäß Anspruch 1 oder 2 in einer Menge von 0,5 bis 15 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht.

4. Haarbehandlungsmittel auf wäßriger Basis, enthaltend als Filmbildner ein Terpolymerisat gemäß Anspruch 1 oder 2 aus Vinylpyrrolidon, tert.-Butylacrylat und Methacrylsäure in einer Menge von 2 bis 10 Gew.-%, bezogen auf das Gesamtgewicht.

5. Haarsprayzubereitung, enthalten 0,5 bis 15 Gew.-% eines Terpolymerisats nach Anspruch 1, 10 bis 95 Gew.-% eines Lösungsmittels aus der Gruppe Aceton, Ethanol, Propanol, Isopropanol und 1-Methoxypropanol oder deren Gemische und 5 bis 90 Gew.-% eines Treibmittels, ausgewählt aus der Gruppe Propan, n-Butan, Isobutan, 2,2-Dimethylpropan, Isopentan und Dimethylether und deren Gemische.

6. Verwendung eines Terpolymerisats nach Anspruch 1 oder 2 als Filmbildner in Haarbehandlungsmitteln.